#### Method for industrial hydrochloric acid purification by liquid extraction

Publication number: CN101041421 (A) Publication date: 2007-09-26

Inventor(s): HU JIANKANG HAN [CN] +
Applicant(s): GUANGDONG FUYUAN RARE EARTH NE [CN] +

Classification:

- European:

- international: C01B7/07; C01B7/075; C01B7/00

Application number: CN20071027238 20070322 Priority number(s): CN20071027238 20070322

#### Abstract of CN 101041421 (A)

The invention discloses a method of extractive purifying industrial algaine, which comprises the following sleps: setting triallylamine as extractant, isooctanol as assisting solvent and coal oil as diuent; forming extract organic phase through kerosene, extracting industrial alcaine in the extract port, washing through pure water; stripping; getting high-purity alcaine. The invention possesses steady quality and high-purity alcaine. which can realize continuous mass production.

Data supplied from the espacenet database - Worldwide

```
L1 ANSWER 1 OF 5 HCAPLUS COPYRIGHT 2010 ACS on STN
```

AN 2007:1096349 HCAPLUS Full-text

DN 147:388518

TI Method for extraction and purification of industrial hydrochloric

IN Hu, Jiankang; Han, Qiying; Zhong, Deqiang; Yang, Congping; Ling,

Cheng
PA Guangdong Fuyuan Rare Earth New Materials Co., Ltd., Peop. Rep.

PA Guangdong Fuyuan kare Earth New Materials Co., Ltd., Peop. Rep China

SO Faming Zhuanli Shenging Gongkai Shuomingshu, 5pp.

CODEN: CNXXEV

DT Patent

LA Chinese

FAN.CNT 1

|    | PATENT NO.   | KIND | DATE     | APPLICATION NO.  | DATE |
|----|--------------|------|----------|------------------|------|
|    |              |      |          |                  |      |
| PI | CN 101041421 | A    | 20070926 | CN 2007-10027238 |      |

20070322 <--

PRAI CN 2007-10027238 20070322

AB The method comprises using extraction organic phase composed of trialkylamine as extractant 10-30, isooctanol as solvent aid 10-30, and kerosene oil as diluting agent to 100%, extracting industrial hydrochloric acid, washing with pure water, and stripping to obtain high-purity hydrochloric acid. The method has the advantages of being simple, low in cost, low environmental pollution, safety, and product stability.

ANSWER 1 OF 5 WPIX COPYRIGHT 2010 THOMSON REUTERS on STN AN 2008-E51239 [200831] WPIX Full-text TI Method of extracting purification industrial hydrochloric acid DC TN HAN O: HU J: LING C: YANG C: ZHONG D PA (GUAN-N) GUANGDONG FUYUAN RARE EARTH NEW MATERIAL CO LTD CYC 1 PT CN 101041421 A 20070926 (200831) \* ZH [0] ---ADT CN 101041421 A CN 2007-10027238 20070322 PRAI CN 2007-10027238 20070322 IPCI C01B0007-00 [I,C]; C01B0007-07 [I,A]; C01B0007-075 [I,A] CN 101041421 A UPAB: 20080514 NOVELTY - The invention claims a method of extracting purification industrial hydrochloric acid; with trialkylamine as extractant, iso-octanol as latent solvent, kerosene as thinner to form extraction organic phase; to extract industrial hydrochloric acid in extracting groove, though scrubbing by pure water and stripping, in order to get high purity hydrochloric acid. The invention can realize continuous large-scale production; product quality is steady and purity is high; meanwhile, operation is simple and environment pollution is small; security is good and purification cost is low; if it matches flow-quantity control

technology and relevant equipments, technical process can realize

MC CPI: E10-B04D2; E11-Q01A; E31-B02D

automatic control.

## [19] 中华人民共和国国家知识产权局

[51] Int. Cl.

CO1B 7/07 (2006. 01)

CO1B 7/075 (2006. 01)



# [12] 发明专利申请公布说明书

[21] 申请号 200710027238.3

[43] 公开日 2007年9月26日

[11] 公开号 CN 101041421A

[22] 申请日 2007.3.22

[21] 申请号 200710027238.3

[71] 申请人 广东富远稀土新材料股份有限公司 地址 514600 广东省平远县大柘镇程西村

[72]发明人 胡建康 韩旗英 钟德强 杨聪平

凌诚

权利要求书1页 说明书3页

#### 「54] 发明名称

萃取提纯工业盐酸的方法

#### [57] 摘要

本发明涉及一种萃取提纯工业盐酸的方法,以三烷基胺为萃取剂、异辛醇为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相,在萃取槽中萃取工业盐酸,经纯水洗涤、反萃,得到高纯盐酸。 本发明能实现连续化大规模生产,产品质量稳定,纯度高,操作简便,环境污染小,安全性好,提纯成本低,如配合流量控制技术和相关设备,工艺过程可实现自动化控制。

- 1、一种萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于以三烷基胺为萃取剂、 异辛醇为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相,在萃取槽中萃取工业盐 酸,经纯水洗涤、反萃,得到高纯盐酸。
- 2、根据权利要求1所述的萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于所述的萃取有机相体积比为10~30%三烷基胺、10~30%异辛醇、其余为煤油。
- 3、根据权利要求 1 所述的萃取提纯工业盐酸的方法, 其特征在于所述的萃取有机相:工业盐酸: 纯水流量为 60~100:15~25:6~10。
- 4、根据权利要求 1 所述的萃取提纯工业盐酸的方法, 其特征在于所述 的萃取槽总级数 18~23 级, 级数配置为萃取段 3~5 级、澄清段 2~3 级、 洗涤段 3~5 级、反萃段 5~10 级。
- 5、根据权利要求 1 所述的萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于所述的萃取有机相从萃取槽第 1 级进入,工业盐酸从萃取槽第 2~5 级分 2~3 点进入,纯水从萃取槽第 18~23 级加入,高纯盐酸从萃取槽第 8~14 级引出。
- 6、根据权利要求4所述的萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于所述的萃取段设有蒸汽加温,使萃取槽内溶液温度35~45℃。
- 7、根据权利要求4所述的萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于所述的洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。
- 8、根据权利要求 4 所述的萃取提纯工业盐酸的方法,其特征在于所述的萃取槽第 15~20 级反萃段开设废酸出口,高纯盐酸:废酸流量为 2~3.5:0.2~0.4。

## 萃取提纯工业盐酸的方法

## 技术领域

本发明属于精细化工领域, 涉及一种工业盐酸提纯的方法。 背景技术

目前工业盐酸提纯的主要方法有蒸馏法和树脂法。蒸馏法是将工业盐酸加热蒸发,蒸出的氯化氢气体经冷凝或吸收得到高纯盐酸,其缺点是能耗大,设备维护难度大,安全性差,工作环境恶劣,生产效率低,成本高,产品质量不稳定,不能连续生产。树脂法是将工业盐酸通过高分子功能性吸附树脂,将工业盐酸中存在的金属离子和一定数量的二价阴离子吸附去除,其最大缺点是去除轻金属离子效果差,达不到某些对 Ca、Mg 要求较高的使用要求,影响了其使用范围。

## 发明内容

本发明的目的就是提供了一种安全性能好,产品质量稳定,能实现自 动化控制的萃取提纯工业盐酸的方法。

本发明的化工原理是: 三烷基胺代号 N235 能萃取酸而形成铵盐,形成铵盐后还能萃取过量酸,在高酸度下,三烷基胺能萃取 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 等金属离子,其萃取络合能力大于萃取 H 离子,而基本不萃取 Pb、Ni 及碱金属离子和碱土金属离子。三烷基胺萃取酸和金属离子是以库仑引力作用实现的,故用极性很小的水即可以将萃取的酸和金属离子反萃下来。

本发明所采用的技术方案是: 以三烷基胺代号 N235 为萃取剂、异辛醇 代号 ROH 为助溶剂、煤油为稀释剂组成萃取有机相, 在萃取槽中萃取工业 盐酸, 经纯水洗涤、反萃, 得到高纯盐酸。

所述的萃取有机相体积比为 10~30%三烷基胺、10~30%异辛醇、其余为煤油。

所述的萃取有机相:工业盐酸:纯水流量为 60~100:15~25:6~10.

所述的萃取槽总级数  $18\sim23$  级,级数配置为萃取段  $3\sim5$  级、 澄清段  $2\sim3$  级、洗涤段  $3\sim5$  级、 反萃段  $5\sim10$  级。

所述的萃取有机相从萃取槽第1级进入,工业盐酸从萃取槽第2~5级

200710027238.3 说明书第2/3页

分 2~3 点进入, 纯水从萃取槽第 18~23 级加入, 高纯盐酸从萃取槽第 8~14 级引出。

所述的萃取段设有蒸汽加温, 使萃取槽内溶液温度 35~45℃。

所述的洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。

所述的萃取槽第 15~20 级反萃段开设废酸出口,按高纯盐酸:废酸流量为 2~3.5:0.2~0.4,使三烷基胺萃取的 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 杂质被水反萃下后引出。

本发明能实现连续化大规模生产,产品质量稳定,纯度高,操作简便,环境污染小,安全性好,提纯成本低,如配合流量控制技术和相关设备,工艺过程可实现自动化控制。

## 具体实施方式

下面结合实施例,对本发明作进一步的描述,但其不代表为本发明的唯一实施方式。

#### 实施例一

按体积比取 10%N235、10% ROH、80%煤油组成萃取有机相,工业盐酸浓 度: 9.86N、CaO 39.25mg/L、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>O.069mg/L、PbO 0.32mg/L、ZnO 0.5mg/L、 NiO 0, 019mg/L、CuO 0, 044mg/L、纯水中 CaO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、PbO、ZnO、NiO、CuO 均小于 0.01mg/L; 逆流混合澄清萃取槽总级数 18级, 级数配置为萃取段 3 级、澄清段 2 级、洗涤段 4 级、反萃段 9 级、萃取有机相从逆流混合澄清 萃取槽第1级进入,工业盐酸从逆流混合澄清萃取槽第2、3级进入,纯水 从逆流混合澄清萃取槽第18级进入,萃取有机相:工业盐酸:纯水流量为 60L/min:15L/min:6L/min。工业盐酸分 2 点进入逆流混合澄清萃取槽与 萃取有机相接触,能有效提高 N235 的萃酸量,使高纯盐酸浓度提高。萃取 段后设有 2 级澄清段, 可确保两相分相清楚, 避免由于萃取有机相夹带工 业盐酸中 Ca<sup>2\*</sup>、Mg<sup>2\*</sup>而造成高纯盐酸中 Ca<sup>2\*</sup>、Mg<sup>2\*</sup>升高。萃取段设有蒸汽加温、 使逆流混合澄清萃取槽内的溶液如萃取有机相、工业盐酸等温度为 35℃, 有效改善两相分相效果,减少由于萃取有机相夹带工业盐酸中 Ca<sup>11</sup>、Mg<sup>11</sup>而 造成高纯盐酸 Ca24、Mg24升高。洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装 置,减少洗涤、反萃的加水量,提高高纯盐酸浓度,但又保证洗涤、反萃 水相量与萃取有机相量比例不致相差太大,而造成洗涤、反萃效果下降使 高纯盐酸质量下降。在逆流混合澄清萃取槽第1级、第8级和第15级开设 200710027238.3 说明节第3/3页

相应出口,引出得到萃余酸、高纯盐酸和废酸、高纯盐酸:废酸流量为 2L/min: 0.2L/min, 在逆流混合澄清萃取槽反萃段开设废酸出口, 能使三 烷基胺萃取的 Cu、Zn、Fe、Co、Cd、Bi 杂质被水反萃下后引出, 从而不进 入高纯盐酸, 确保高纯盐酸质量。萃余酸和废酸合并作为工业盐酸另外使 用。

经分析检测: 高纯盐酸浓度为 7.88N、CaO 0.5mg/L、PbO 0.09mg/L、ZnO 0.01mg/L、NiO<0.01mg/L、CuO 0.023mg/L, 达到了分析纯杂质标准。实施例二

按体积比取 30%N235、30% ROH、40%煤油组成萃取有机相,工业盐酸浓度: 9.92N、Ca0 45.36mg/L、Fe<sub>2</sub>O, 0.18mg/L、PbO 0.36mg/L、ZnO 0.44mg/L、NiO 0.021mg/L、CuO 0.038mg/L, 纯水中 CaO、Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>、PbO、ZnO、NiO、CuO 均小于 0.01mg/L; 逆流混合澄清萃取槽总级数 23 级,级数配置为萃取段 5 级、澄清段 3 级、洗涤段 5 级、反萃段 10 级。萃取有机相从逆流混合澄清萃取槽第 1 级进入,工业盐酸从逆流混合澄清萃取槽第 3、4、5 级分 3 点进入,纯水从逆流混合澄清萃取槽第 20 级进入,萃取有机相:工业盐酸:纯水流量为 100L/min:25L/min:10L/min。萃取段后设有 3 级澄清段。萃取段设有蒸汽加温,使逆流混合澄清萃取槽内溶液温度 45℃。洗涤段和反萃段设有可调节的水相内循环装置。在逆流混合澄清萃取槽第 1 级、第 14 级和第 20 级开设相应出口,引出得到萃余酸、高纯盐酸和废酸,高纯盐酸:废酸流量为 3.5L/min:0.4L/min,萃余酸和废酸合并作为工业盐酸另外使用。

经分析检测: 高纯盐酸浓度为 8.23N、CaO 0.36mg/L、PbO 0.074mg/L、ZnO 0.01mg/L、NiO<0.01mg/L、CuO 0.018mg/L, 达到了分析纯杂质标准。